

### **Relevancy of reference (JP62-091469)**

JP62-091469 disclose known methods for producing a diamond sintered body with a sintering aid, for example, carbonate or metal, such as Co, by use of a conventional ultrahigh-pressure synthesizing apparatus.

(9) 日本国特許庁 (JP)

(11) 特許出願公開

## (12) 公開特許公報 (A)

昭62-91469

(5) Int. Cl. 4  
C 04 B 35/52識別記号 301  
庁内整理番号 7158-4G

(4) 公開 昭和62年(1987)4月25日

審査請求 有 発明の数 1 (全3頁)

(5) 発明の名称 高硬度、絶縁性ダイヤモンド焼結体の製造法

(21) 特願 昭60-232616

(22) 出願 昭60(1985)10月18日

(23) 発明者 赤石實 茨城県新治郡桜村並木2-209-101

(23) 発明者 福長脩 茨城県新治郡桜村並木3-502

(23) 発明者 山岡信夫 茨城県筑波郡谷田部町二の宮3-14-10

(24) 出願人 科学技術庁無機材質研究所長

## 明細書

## 1. 発明の名称

高硬度、絶縁性ダイヤモンド焼結体の製造法

## 2. 特許請求の範囲

ダイヤモンド粉末に、粒径  $0.1 \mu\text{m}$  以下の鉄、コバルト及びニッケルから選ばれた1種または2種以上の超微粉末をダイヤモンド粉末に対し6~2重量%混合し、これをダイヤモンド安定領域で、少なくとも  $1800^{\circ}\text{C}$  の温度で焼結することを特徴とする高硬度、絶縁性ダイヤモンド焼結体の製造法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 産業上の利用分野

本発明は高硬度、絶縁性ダイヤモンドの製造法に関する。ダイヤモンド焼結体は、その高硬度、高強度で耐摩耗性に富んでいたため、切削工具用刃先、歯引きダイス、ビット等に使用されている。

最近、ダイヤモンド焼結体工具を使用し、窒化けい素焼結体、アルミナ焼結体等の硬いセラミックスの切削加工が試みられるようになつた。

しかし、既存のダイヤモンド焼結体は、硬さ、耐摩耗性が不足するので、これに適するダイヤモンド焼結体が要望されている。

## 従来技術

従来のダイヤモンド焼結体の製造法としては、

(1) 各種金属粉末、炭化物、硼化物、窒化物、またはセラミックスの粉末をダイヤモンド粉末に混合し、これを高温高圧で処理する方法

(2) ダイヤモンド粉をCo, Fe, Ni, Mn等の遷移金属を含むカーバイド層に積層させて、ダイヤモンド安定領域で処理する方法(特公昭46-5204号公報)

が知られている。

しかし、これらの方によつて得られる焼結体の硬さは、ダイヤモンド単結晶の硬さが  $8.8 \text{ GPa}$  以上であるのに比べて、 $63.7 \sim 78.4 \text{ GPa}$  程度である。また、その電気抵抗の比抵抗は、ダイヤモンド単結晶の比抵抗が  $10^{14} \Omega\cdot\text{cm}$  と高いのに比べ  $35 \Omega\cdot\text{cm}$  と非常に低い。

## 発明の目的

(1)

-425-

(2)

特開昭62-91469(2)

本発明は従来法の欠点を解消せんとするものであり、その目的は高硬度で、絶縁性の高いダイヤモンド焼結体の製造法を提供するにある。

## 発明の構成

本発明者らは前記目的を達成すべく研究の結果、ダイヤモンド粉末の焼結に際し、粒径  $0.1 \mu\text{m}$  以下の鉄、コバルト、ニッケルの単独またはそれらの混合物超微粉末を少量の特定範囲に混合し、これをダイヤモンド安定領域で少なくとも  $1800^\circ\text{C}$  の温度で焼結すると、高硬度で、絶縁性の高いダイヤモンド焼結体が得られることを発明し得た。この知見において本発明を完成した。

本発明の要旨は、ダイヤモンド粉末に、粒径  $0.1 \mu\text{m}$  以下の鉄、コバルト及びニッケルから選ばれた 1 種または 2 種以上の超微粉末をダイヤモンド粉末に対し  $6 \sim 2$  容量% 混合し、これをダイヤモンド安定領域で、少なくとも  $1800^\circ\text{C}$  の温度で焼結することを特徴とする高硬度、絶縁性ダイヤモンド焼結体の製造法。

本発明において使用する鉄、コバルト、ニッケル

(3)

例えばダイヤモンド安定領域の  $2000^\circ\text{C}$  で焼結した場合、その硬さは約  $100 \text{ GPa}$ 、その比抵抗は  $100 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$  と優れたものとなる。

## 実施例 1

ダイヤモンド粉末（粒径  $2 \sim 4 \mu\text{m}$ ）に 6 容量% の Co 超微粉末（粒径  $300 \text{ }\text{\AA}$ ）を添加し、ポリアセタールを内張りしたポットを使用して振動ミルで十分混合した。混合後乾燥し、焼入れ鋼製のバイとバンチを使用し、 $200 \text{ MPa}$  の圧力で成形した。この成形体を波圧下 ( $10^{-3} \text{ Torr}$ )、 $500^\circ\text{C}$  の条件下で 2 時間処理し、混入したポリアセタールを除去した。この成形体を第 1 図に示す構成を用い高温高圧装置を使用し、 $6.5 \text{ GPa}$ 、 $1800^\circ\text{C}$  の条件下で 1 時間保持し、その後徐冷した。

なお、第 1 図における 1 は Ni 板、2 は黒船ヒーター、3 は  $\text{NaO}_2 - \text{ZrO}_2$  粉末成形体、4 は Mo 板、5 は通電管、6 はスチールリング、7 はダイヤモンド-金属超微粉混合粉末の成形体、8 は  $\text{ZrO}_2$  板を示す。得られた焼結体をダイヤモンドホイールを使用して研磨した。光学顕微鏡で観察

(5)

ルは焼結助剤として作用し、その粒径が  $0.1 \mu\text{m}$  を超えると、金属粉末の分散状態が悪く、不均質な焼結体しか得られず、その硬さ、比抵抗はいずれも従来法と同程度である。またその量はダイヤモンドに対し、 $6 \sim 2$  容量% であることが必要である。Ni、Co の単味においては 3 重量% 以上であることが好ましい。3 重量% より少くすると高硬度であるが、ラック解離が生ずるので避けるべきである。しかし、Ni、Co に微量の Fe を混合して使用すると 2 容量% までは高硬度、絶縁性の高いものが得られる。6 容量% を超えると、ダイヤモンド粉末が少なくなり、高硬度、絶縁性の焼結体は得られない。例えば 8 容量% の Ni または Co を混合すると、 $6.0 \sim 7.0 \text{ GPa}$  の硬さ、比抵抗は数十  $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$  である。

また、ダイヤモンドの粉末の大きさは  $1 \sim 1.5 \mu\text{m}$  であることが好ましい。焼結温度は  $1800^\circ\text{C}$  以上であることが必要であり、 $1800^\circ\text{C}$  未満であると、優れた焼結体は得られない。

本発明の方法で得られるダイヤモンド焼結体、

(4)

した結果、均質な組織からなる焼結体であることが確認された。焼結体の硬さをビックアース硬度計（荷重  $1 \text{ Kg}$ ）で測定したところ、 $90 \text{ GPa}$  であった。その電気抵抗を測定したところ、比抵抗が  $50 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$  であった。Co の分布を EPMA で調べたところ、焼結体中に均一に分布されていた。焼結体の破面を走査型電子顕微鏡で観察した結果、Co 相は連結せず、ダイヤモンド粒子が強固に結合し、粒子の粒界がはつきりしない僅めて強靭な焼結体であった。

## 実施例 2

ダイヤモンド粉末（粒径  $2 \sim 4 \mu\text{m}$ ）に 3 容量% の Ni 超微粉末（粒径  $300 \text{ }\text{\AA}$ ）を添加し、実施例 1 と同様にして成形体を作つた。

この成形体を  $7.7 \text{ GPa}$ 、 $2000^\circ\text{C}$  の条件下で 1 時間保持した後徐冷した。得られた焼結体をダイヤモンドホイールで研磨し、光学顕微鏡で観察したところ、均質で緻密な焼結体であった。その硬さは  $100 \text{ GPa}$  以上で、比抵抗は  $200 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$  であった。

(6)

特開昭62-91469(3)

## 比較例 1.

ダイヤモンド粉末（粒径 2～4 μm）に 7 容量% の Ni 超微粉末（粒径 500 Å）を使用し、実施例 2 と同じにして焼結体を作つた。

得られた焼結体を光学顕微鏡で観察したところ、均質な焼結体であつた。しかし、その緻さは 10 GPa で、その比抵抗は數十 MΩ·cm であり、ほぼ金属に近い良導体であつた。破面を SEM で調べたところ、緻密な焼結体であるが、添加した Ni が連続していた。

## 実施例 3.

ダイヤモンド粉末（粒径 2～4 μm）に前記と同じ Ni を 1.6 容量% 及び 0.4 容量% の超微粉の Fe を添加し、実施例 2 と同じ条件下で焼結体を作つた。

得られた焼結体の緻さは 100 GPa 以上で、その比抵抗は 300 MΩ·cm であつた。破面の SEM 観察の結果、焼結体中に金属は存在するが、非常に少なく、殆んどダイヤモンド粒子と直接結合されていた。

(7)

## 発明の効果

本発明の方法によると、粒径 0.1 μm 以下の超微粒子の  $\text{O}_2$ 、Ni、Fe の単独または混合物を 2～6 容量% の範囲の少量化することにより、金属の連続したものが殆んど存在せず、ダイヤモンド粒子と直接結合された焼結体が得られる。その結果、得られる焼結体は高硬度で、且つ絶縁性の優れたものとなる効果を発し得られる。

## 図面の簡単な説明

ダイヤモンド安定化でのダイヤモンド焼結体を作る試料構成図を示す。

1 : Ni 板、	2 : 黒鉛ヒーター、
3 : $\text{NaO}_2 - \text{ZrO}_2$ 粉末成形体、	
4 : Mo 板、	5 : 通電管、
6 : スチールリング、	
7 : ダイヤモンド-金属混合粉末成形体、	
8 : $\text{ZrO}_2$ 板。	

特許出願人 科学技術庁無機材質研究所  
後藤 勤

(8)

## 第 1 図

